

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-045256

(43)Date of publication of application : 18.02.1994

(51)Int.Cl.

H01L 21/205
H01L 21/203
// G05D 7/06

(21)Application number : 04-193846

(71)Applicant : RIKAGAKU KENKYUSHO
RES DEV CORP OF JAPAN

(22)Date of filing : 21.07.1992

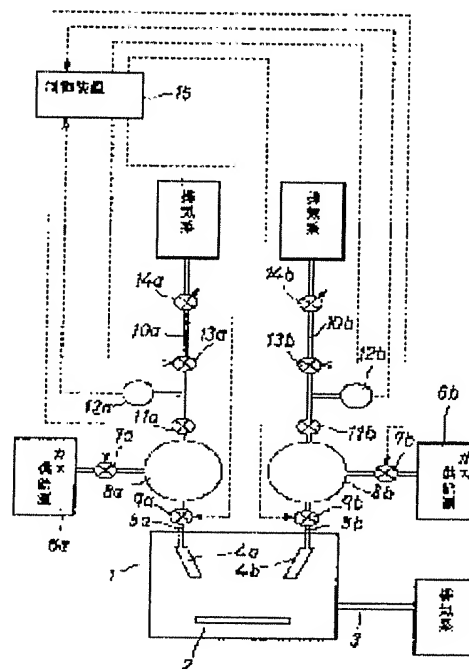
(72)Inventor : OZASA KAZUNARI
MEGURO TAKASHI
AOYANAGI KATSUNOBU

(54) METHOD FOR SUPPLYING GAS PULSE AND METHOD FORMING FOR FILM USING THE SAME

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for supplying a gas pulse which can accurately supply even a very small amount of material gas in a pulse state and a method for forming a film to accurately control its thickness at an atomic layer level.

CONSTITUTION: A switching valve 7a is opened in a state that switching valves 9a, 13a are closed, film forming material gas is introduced from a gas supply source 6a into a pressure control tank 8a, and the valve 7a is closed. In this case, a pressure control tank 8a is so controlled by a pressure gage 12a that gas pressure in the tank 8a becomes a predetermined pressure. If it exceeds the predetermined pressure, the valve 13a is opened to exhaust it, and the pressure in the tank 8a is set to the predetermined pressure. Then, from the state that the valves 7a, 9a, 13a are closed, the valve 9a is opened for a predetermined time. Thereafter, the gas in the tank 8a is supplied from a gas supply nozzle 4a toward a substrate 2 in the chamber 1 in a pulse state.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.07.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 16.05.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-45256

(43)公開日 平成 6 年(1994) 2 月18日

(51)Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 L 21/205

21/203

M 8422-4M

// G 0 5 D 7/06

Z 9324-3H

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-193846

(22)出願日 平成 4 年(1992) 7 月21日

(71)出願人 000006792

理化学研究所

埼玉県和光市広沢 2 番 1 号

(71)出願人 390014535

新技術事業団

東京都千代田区永田町 2 丁目 5 番 2 号

(72)発明者 尾笹 一成

埼玉県和光市広沢 2 番 1 号 理化学研究所
内

(72)発明者 目黒 多加志

埼玉県和光市広沢 2 番 1 号 理化学研究所
内

(74)代理人 弁理士 須山 佐一

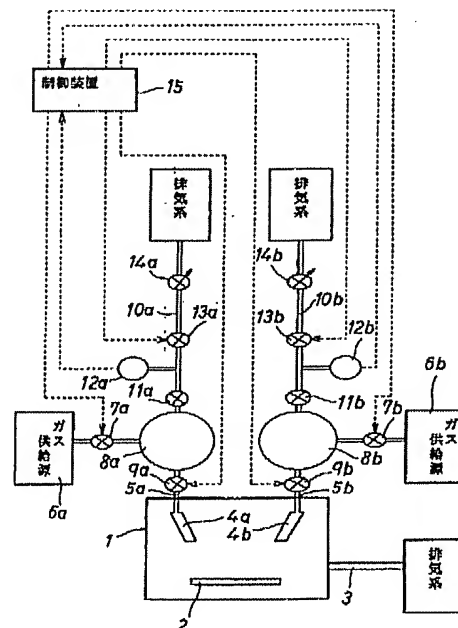
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ガスパルスの供給方法およびこれを用いた成膜方法

(57)【要約】

【目的】 微量の原料ガスであっても精度良くパルス状に供給することのできるガスパルスの供給方法および原子層レベルで精度良く膜厚制御を行うことのできる成膜方法を提供する。

【構成】 開閉バルブ 9 a、1 3 a を閉じた状態で、開閉バルブ 7 a を開け、ガス供給源 6 a から圧力制御用タンク 8 a に成膜原料ガスを導入し、開閉バルブ 7 a を閉じる。この時、圧力計 1 2 a によって圧力制御用タンク 8 a 内のガス圧が所定圧になるよう制御する。所定圧を越えてしまった場合は、開閉バルブ 1 3 a を開けて排気を行い、圧力制御用タンク 8 a 内のガス圧を所定圧に設定する。この後、開閉バルブ 7 a、9 a、1 3 a を閉じた状態から、所定時間開閉バルブ 9 a を開ける。すると、圧力制御用タンク 8 a 内の成膜原料ガスが、ガス供給ノズル 4 a からパルス状に真空チャンバ 1 内の基板 2 に向けて供給される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガス供給源からの原料ガスをパルス状にして所定量ずつ所定部に供給するガスパルスの供給方法において、

前記ガス供給源からの前記原料ガスを圧力制御部に収容し、この圧力制御部と前記所定部とを連通する配管に設けたバルブを開閉して該圧力制御部内の圧力降下分に相当する量の前記原料ガスを、前記所定部に供給することを特徴とするガスパルスの供給方法。

【請求項2】 真空チャンバ内に設けた被成膜体に、ガス供給源からの成膜原料ガスをパルス状にして所定量ずつ供給し、前記被成膜体に薄膜を形成する成膜方法において、前記ガス供給源からの前記成膜原料ガスを圧力制御部に収容し、この圧力制御部と前記真空チャンバとを連通する配管に設けたバルブを開閉して該圧力制御部内の圧力降下分に相当する量の前記成膜原料ガスを、前記真空チャンバ内に供給し、前記被成膜体に薄膜を形成することを特徴とする成膜方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、真空チャンバ内等に原料ガスをパルス状にして所定量ずつ供給するガスパルスの供給方法およびこれを用いた成膜方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来から、原料ガスをパルス状にして所定量ずつ供給する方法として、ガス供給源から原料ガスを供給する配管にマスフローコントローラもしくは流量調節バルブを介挿するとともに、このマスフローコントローラ等の下流側を供給配管とベント配管に分歧し、この分歧部分に流路切り替え可能なようにバルブを介挿して、常にベント配管側に一定流量で原料ガスを流して捨てておき（ベント）、必要な時間だけ流路を切り替えて供給配管に流す（ラン）方法、いわゆるベントアンドランの方法が知られている。

【0003】また、最近では、基板等に微量な原料ガスをパルス状に供給して、原子層レベルで膜厚を制御しつつ、結晶成長によって成膜を行う試みがなされている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述した従来の方法では、原料ガス配管系のある部位（マスフローコントローラのある部位）の原料ガス流量が一定になるだけで、他の配管部分（前記部位以遠の部分）に存在する原料ガスの影響あるいはベントとランの切り替えによる配管内の圧力変動等によって、実際に真空チャンバ等に供給される原料ガスの量に誤差が生じるという問題がある。また、蒸気圧が低い原料ガスを使用する場合や、非常に微量の原料ガスを供給する場合等においては、マスフローコントローラを用いることができないと

いう問題もある。このため、特に、微量の原料ガスを精度良くパルス状に供給し、原子層制御を行う結晶成長による成膜を行う場合等においては、所望の成膜を行うことができないという問題があった。

【0005】本発明は、かかる従来の事情に対処してなされたもので、微量の原料ガスであっても精度良くパルス状に供給することのできるガスパルスの供給方法および原子層レベルで精度良く膜厚制御を行うことのできる成膜方法を提供しようとするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明のガスパルスの供給方法は、ガス供給源からの原料ガスをパルス状にして所定量ずつ所定部に供給するガスパルスの供給方法において、前記ガス供給源からの前記原料ガスを圧力制御部に収容し、この圧力制御部と前記所定部とを連通する配管に設けたバルブを開閉して該圧力制御部内の圧力降下分に相当する量の前記原料ガスを、前記所定部に供給することを特徴とする。

20

【0007】また本発明の成膜方法は、真空チャンバ内に設けた被成膜体に、ガス供給源からの成膜原料ガスをパルス状にして所定量ずつ供給し、前記被成膜体に薄膜を形成する成膜方法において、前記ガス供給源からの前記成膜原料ガスを圧力制御部に収容し、この圧力制御部と前記真空チャンバとを連通する配管に設けたバルブを開閉して該圧力制御部内の圧力降下分に相当する量の前記成膜原料ガスを、前記真空チャンバ内に供給し、前記被成膜体に薄膜を形成することを特徴とする。

【0008】

30

【作用】上記構成の本発明のガスパルスの供給方法では、ガス供給源からの原料ガスを圧力制御部（圧力制御用タンクまたは配管そのもののタンク相当部分）に収容し、この圧力制御部と真空チャンバ等とを連通する配管に設けたバルブを開閉して該圧力制御部内の圧力降下分に相当する量の原料ガスを供給する。したがって、微量の原料ガスであっても精度良くパルス状に供給することができる。

【0009】また、本発明の成膜方法では、上記ガスパルスの供給方法を用いて、真空チャンバ内に成膜原料ガスを供給する。したがって、正確に所定量の成膜原料ガスを供給することができ、原子層レベルで精度良く膜厚制御を行うことができる。

40

【0010】

【実施例】以下、本発明の一実施例を図面を参照して説明する。

【0011】図1は、本発明の一実施例の構成を示すもので、図において1は成膜を行う真空チャンバであり、この真空チャンバ1内には、成膜を行う基板2が配置されている。また、この真空チャンバ1には、真空排気を行うための排気配管3が接続されており、基板2の前方には、基板2に向けて所定の成膜原料ガスを供給するた

50

めのガス供給ノズル4 a、4 bが設けられている。なお、このガス供給ノズル4 a、4 bは必要なガス種の数に応じて1または複数設けられるが、本実施例では、2つ設けられている。

【0012】これらのガス供給ノズル4 a、4 bは、ガス供給配管5 a、5 bを介してガス供給源6 a、6 bに接続されている。また、ガス供給配管5 a、5 bには、ガス供給源6 a、6 b側から順に、開閉バルブ7 a、7 b、圧力制御用タンク8 a、8 b、開閉バルブ9 a、9 bが設けられている。なお、本実施例においては、圧力

制御用タンク8 a、8 bとして、例えば、容量数十乃至数百ミリリットル程度の円形容器状のタンク等を用いる。

【0013】また、上記圧力制御用タンク8 a、8 bには、排気系に接続された排気配管10 a、10 bが接続されており、この排気配管10 a、10 bには、圧力制御用タンク8 a、8 b側から順に、開閉バルブ11 a、11 b、圧力計12 a、12 b、開閉バルブ13 a、13 b、流量調節バルブ14 a、14 bが介挿されている。これらの開閉バルブ7 a、7 b、9 a、9 b、13 a、13 bは、それぞれ制御装置15に接続され開閉制御されるよう構成されており、圧力計12 a、12 bの圧力検出信号は、制御装置15に入力されるように構成されている。

【0014】上記構成の装置を用いて、本実施例では、制御装置15によって次のように開閉バルブ7 a、7 b、9 a、9 b、13 a、13 bを制御し、ガス供給ノズル4 a、4 bから基板2に向けて所定の成膜原料ガスを供給し、成膜を行う。なお、以下では、ガス供給ノズル4 a側についてのみ説明する。また、図2のグラフに

この時の圧力制御用タンク8 a内の圧力の変化およびガス供給ノズル4 aからのガス流量の変化を示す。

【0015】成膜原料ガス供給に先立って、排気配管3によって排気を行い、真空チャンバ1内を所定の真空度（例えば 10^{-8} Torr）に設定しておく。

【0016】また、排気配管10 aによって圧力制御用タンク8 aも真空（例えば 10^{-8} Torr）に設定しておく。

【0017】以下の説明中では、開閉バルブ11 aは常に開けておき、圧力制御用タンク8 aの圧力は圧力計12 aで測れるようにしておく。

【0018】そして、まず、開閉バルブ9 a、13 aを閉じた状態で、開閉バルブ7 aを開け、ガス供給源6 aから圧力制御用タンク8 aに成膜原料ガスを導入し、開閉バルブ7 aを閉じる。この時、圧力計12 aによって圧力制御用タンク8 a内のガス圧が所定圧（例えば1～0.01 Torr程度）になるよう制御する。そして、所定圧を越えてしまった場合は、開閉バルブ13 aを開けて排気を行い、圧力制御用タンク8 a内のガス圧を所定圧に設定する。

【0019】この後、開閉バルブ7 a、9 a、13 aを閉じた状態から、所定時間（例えば1～2秒）開閉バルブ9 aを開ける。すると、圧力制御用タンク8 a内の成膜原料ガスが、ガス供給ノズル4 aからパルス状に真空チャンバ1内の基板2に向けて供給される。この時の供給量は、圧力制御用タンク8 aおよびそれに連結されていて同じ圧力になる部分の容積と、圧力減少分とによって決まるので、正確に制御することができる。

【0020】なお、この時、開閉バルブ9 aを所定時間開けるのではなく、圧力計12 aからの圧力検出信号をフィードバック信号として、所定の圧力減少が生じるように、開閉バルブ9 aを開閉制御してもよい。

【0021】このような制御による成膜原料ガスの供給を、ガス供給ノズル4 b側についても同様に行い、成膜を行う原子層数に応じて、例えば3原子層の膜を形成する場合は、上述したガスパルスの供給をそれぞれ3回ずつ行なって、基板2に成膜を実施する。

【0022】このような方法により、以下に示すように実際に成膜原料ガスとして、 N_2 、OとDMA1Hを用いて、GaAs基板上に酸化アルミニウム膜を形成した。なお、使用した圧力制御用タンク8 a、8 bの容積は、連結部を含めて 51 cm^3 である。

【0023】縦軸を真空チャンバ1内および圧力制御用タンク8 a内の圧力、横軸を時間とした図3のグラフに示すように、圧力制御用タンク8 aに、 N_2 、Oを導入し、排気を実施することにより、圧力制御用タンク8 a内の圧力が 4.0×10^{-3} Torrとなるように設定した。なお、本実施例の場合成膜原料ガスの供給ラインが最適化されていなかったため、一旦倍近い圧力になってしまっている。

【0024】そして、開閉バルブ9 aを0.5秒だけ開けた。すると、開閉バルブ9 aを開けた直後、真空チャンバ1内の圧力は、 3×10^{-8} Torrから 2×10^{-3} Torrに急激に上昇し、直ちに減少し始め、開閉バルブ9 aを閉じると、真空チャンバ1内の圧力は、急速に回復し 10^{-7} Torr以下になった。この時、開閉バルブ9 aを閉じた時点での圧力制御用タンク8 a内の圧力は 2.0×10^{-3} Torrとなっていた。

【0025】このようなガスパルスの供給を、 N_2 、O（ガス供給ノズル4 a側）とDMA1H（ガス供給ノズル4 b側）について交互に1000回行ったところ、基板温度 300°C に保持した $15\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ のGaAs基板上に、厚さ約 300 nm の均一な酸化アルミニウム膜が堆積した。

【0026】ここで、1回あたりの原料導入量は、

$$51\text{ cm}^3 \times (4.0 - 2.0) 10^{-3}\text{ Torr}$$

$$= 10.2\text{ cm}^3 \cdot \text{Torr}$$

$$= 1.34 \times 10^{-3}\text{ l} \cdot \text{atm}$$

となり、室温 20°C を考慮すると気体の状態方程式よ

り、この量は $5.6 \times 10^{-7}\text{ mol}$ に相当している。す

なわち、1回あたり 5.6×10^{-7} molの原料が精度よく供給されていることがわかった。

【0027】このように、本実施例によれば、微量な成膜原料ガスを、所定量ずつ精度良くパルス状に供給することができ、原子層レベルで精度良く膜厚制御した薄膜を形成することができる。

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のガスパルスの供給方法によれば、微量の原料ガスであっても精度良くパルス状に供給することができる。また、本発明の成膜方法によれば、原子層レベルで精度良く膜厚制御を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の構成を示す図。

【図2】図1の実施例を説明するための図。

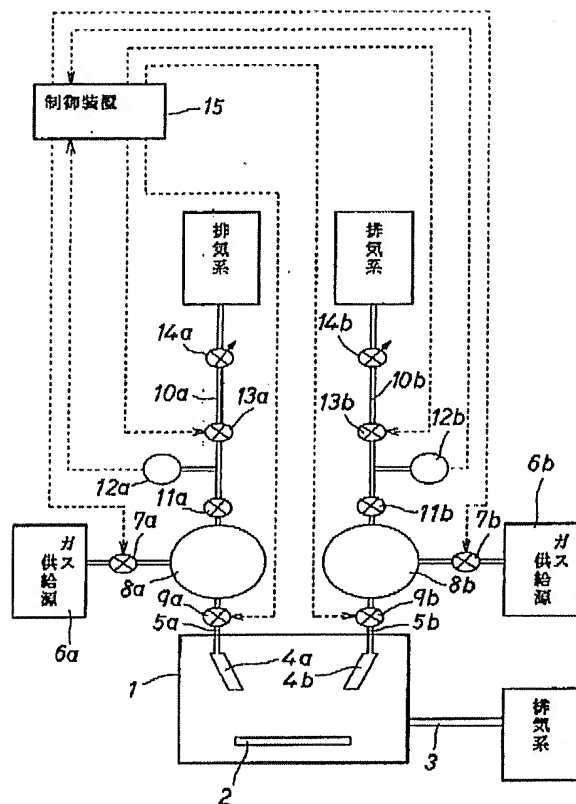
*

*【図3】成膜を行った実施例を説明するための図。

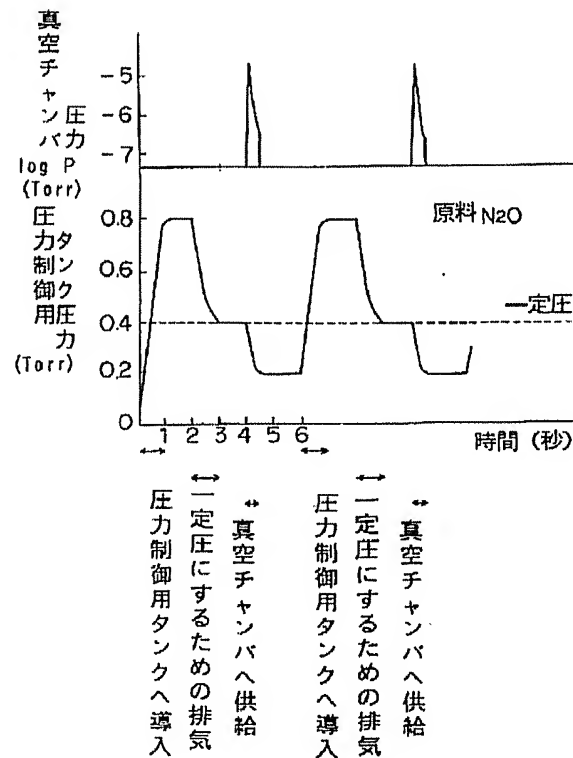
【符号の説明】

- 1 真空チャンバ
- 2 基板
- 3 排気配管
- 4a、4b ガス供給ノズル
- 5a、5b ガス供給配管
- 6a、6b ガス供給源
- 7a、7b、9a、9b、11a、11b、13a、13b 開閉バルブ
- 8a、8b 圧力制御用タンク
- 10a、10b 排気配管
- 12a、12b 圧力計開閉バルブ
- 14a、14b 流量調節バルブ
- 15 制御装置

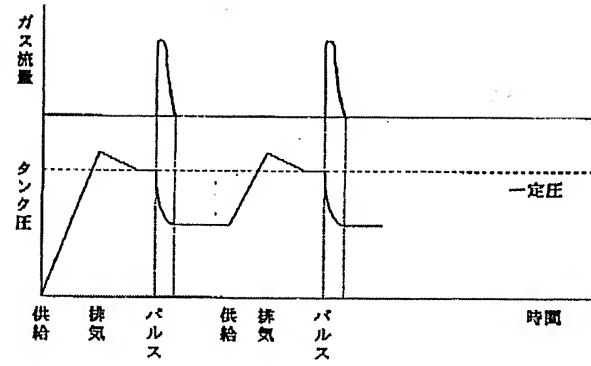
【図1】



【図3】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 青柳 克信
埼玉県和光市広沢2番1号 理化学研究所
内